

HOLE-TRANSPORTING MATERIAL

Patent number:

JP2002037817

Publication date:

2002-02-06

Inventor:

SAKAKIBARA MITSUHIKO

Applicant:

JSR CORP

Classification:

- international:

C08F212/32; C08F218/04; C08F220/60; C08F226/12; H05B33/14; H05B33/22; C08F212/00; C08F218/00; C08F220/00; C08F226/00;

H05B33/14; H05B33/22; (IPC1-7):

C08F212/32; C08F218/04; C08F220/60; C08F226/12; H05B33/14; H05B33/22

- european:

Application number: JP20000228928 20000728 Priority number(s): JP20000228928 20000728

Report a data error here

Abstract of **JP2002037817** PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a hole-transporting material having an excellent hole- transporting performance and durability. SOLUTION: The material is obtained by containing a copolymer which comprises (A) a structural unit represented by formula (1) (wherein R1 is a hydrogen atom, alkyl group or aryl group; R2, R3, R4 and R5 are a hydrogen atom, alkyl group, alkoxy group, aryl group or amino group; X1 is a group represented by formula (2) or a group represented by formula (3); Z is an oxycarbonyl group, a group represented by

formula (4) or a group represented by formula (5); m is 0 or 1; n is 0 or 1) and (B) a structural unit represented by formula (6) (wherein R6, R7 and R8 are a hydrogen atom, alkyl group or aryl group; X2 is a phenylene group or a methylenephenylene group; p is 0 or 1) in the molar ratio of (A) and (B) of 5:95 to 95:5.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-37817

(P2002-37817A) (43)公開日 平成14年2月6日(2002.2.6)

| | (51) Int. Cl. 7 | 識別記号 | | FΙ | | | | テーマコート・ | (参考) | |
|--------|-----------------|--------|------------|------|---------|----|--------|---------|------|--|
| | C08F212/32 | | C08F212/32 | | | | | | | |
| 218/04 | | | | | 18/04 | | | 41100 | | |
| | 220/60 | | | 2 | 220/60 | | | • | | |
| | 226/12 | 226/12 | | | | | | | | |
| | H05B 33/14 | | | H05B | 33/14 | | Α | | | |
| | | | 審査請求 | 未請求 | 請求項の数 2 | OL | (全18頁) | 最終頁 | こ続く | |
| | | | | | | | | | | |

(21)出願番号 特願2000-228928(P2000-228928)

(22) 出願日 平成12年7月28日(2000.7.28)

(71)出願人 000004178

ジェイエスアール株式会社

東京都中央区築地2丁目11番24号

(72)発明者 榊原 満彦

東京都中央区築地2丁目11番24号 ジェイ

エスアール株式会社内

(74)代理人 100078754

弁理士 大井 正彦

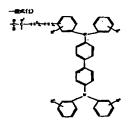
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】正孔輸送材料

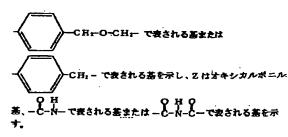
(57)【要約】 (修

【課題】 優れた正孔輸送性能および耐久性を有する正 孔輸送材料を提供する。

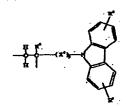
【解決手段】 式(1)で表される構造単位(A)と、式(2)で表される構造単位(B)とよりなり、(A)と、(B)との割合が、モル比で $5:95\sim95:5$ である共重合体を含有してなる正孔輸送材料。



〔式中、 R^1 は水素原子、アルキル基またはアリール基を示し、 R^2 、 R^3 、 R^4 および R^5 は、水素原子、アルキル基、アルコキシ基、アリール基またはアミノ基を示す。 X^1 は



mは0または1であり、nは0または1である。〕 →8≾(2)



〔式中、 R^6 、 R^7 および R^8 は、水素原子、アルキル基またはアリール基を示す。 X^2 はフェニレン基またはメチレンフェニレン基を示す。Pは0または1である。)

【特許請求の範囲】

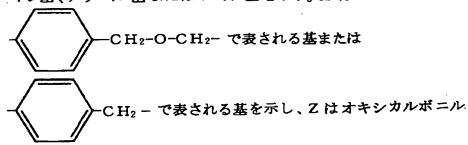
【請求項1】 下記一般式(1)で表される構造単位(A)と、下記一般式(2)で表される構造単位(B)とよりなり、当該構造単位(A)と、前記構造単位

(B) との割合が、モル比で5:95~95:5である 共重合体を含有してなることを特徴とする正孔輸送材料。

(化1)

一般式(1)

[式中、 R^1 は 水素原子、アルキル基または アリール基を示し、 R^2 、 R^3 、 R^4 および R^5 は、それぞれ独立に 水素原子、アルキル基、アルコキシ基、アリール 基または アミノ基を示す。 X^1 は



O H O 基、-C-N-で表される基または-C-N-C-で表される基を示す。また、繰り返し数mは0または1であり、繰り返し数 n は 0 または1である。〕

【化2】

。 一般式(2)

$$\begin{array}{c|c}
H & R^6 \\
-C & C \\
H & \\
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
R^8 \\
X^2 \\
P & N
\end{array}$$

[式中、 R^6 、 R^7 および R^8 は、それぞれ独立に水素原子、アルキル基またはアリール基を示す。 X^2 は フェニレン基またはメチレンフェニレン基を示す。また、繰り返し数Pは0または1である。]

【請求項2】 構造単位(A)と、構造単位(B)との割合が、モル比で20:80~80:20である共重合体を含有してなることを特徴とする請求項1に記載の正孔輸送材料。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、例えばエレクトロルミネッセンス素子などを得るために好適に用いられる 30 正孔輸送材料に関する。

[0002]

【従来の技術】近年、エレクトロルミネッセンス素子を構成する正孔輸送材料や電子輸送材料として、有機材料が使用され始めており、このような有機材料を使用した有機エレクトロルミネッセンス素子(以下、「有機EL素子」という。)の研究が活発に行われている。かかる有機EL素子を構成する有機材料においては、優れた耐久性を有するものであること、高い発光効率が得られるものであることが要求される。

【0003】従来、正孔輸送性能を有する有機材料としては、ジアミン誘導体、N,N'ージフェニルーN,N'ージ(3ーメチルフェニル)ー4,4'、ジアミノビフェニル(以下、「mーTPD」ともいう。)などのアリールアミン系化合物などの低分子有機材料、ポリビニルカルバソールなどの高分子有機材料が知られてい

る。然るに、上記の低分子有機材料は、物理的または熱的な耐久性に乏しいものであるため、当該低分子有機材料により正孔輸送層を構成する場合には、有機EL素子の駆動中または保存中に当該正孔輸送層が変質してしまう、という欠点がある。また、ポリビニルカルバゾールなどの高分子有機材料は、ガラス転移点(Tg)が非常に高いものであるので、優れた耐久性、すなわち長い使用寿命を有する正孔輸送層が得られるが、発光開始電圧が非常に高く、また、正孔輸送性能が十分なものではないために発光効率が低く、実用上問題がある。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、以上のような事情に基づいてなされたものであって、その目的は、 優れた正孔輸送性能および耐久性を有する正孔輸送材料 を提供することにある。

[0005]

【課題を解決するための手段】本発明の正孔輸送材料 40 は、下記一般式(1)で表される構造単位(A)と、下 記一般式(2)で表される構造単位(B)とよりなり、 当該構造単位(A)と、前記構造単位(B)との割合 が、モル比で5:95~95:5である共重合体を含有 してなることを特徴とする。

[0006]

[化3]

一般式(1)

$$-\overset{\mathbf{H}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}}{\overset{\mathbf{C}}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}}{\overset{\mathbf{C}}}}{\overset{\mathbf{C}}}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}}{\overset{\mathbf{C}}}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}}{\overset{\mathbf{C}}}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}}{\overset{\mathbf{C}}}}{\overset{\mathbf{C}}}}{\overset{\mathbf{C}}}}}{\overset{\mathbf{C}}}{\overset{\mathbf{C}}}}{\overset{\mathbf{C}}}}}{\overset{\mathbf{C}}}}{\overset{\mathbf{C}}}}}{\overset{\mathbf{C}}}}{\overset{\mathbf{C}}}}{\overset{\mathbf{C}}}}}{\overset{\mathbf{C}}}}{\overset{\mathbf{C}}}}}{\overset{\mathbf{C}}}}{\overset{\mathbf{C}}}}{\overset{\mathbf{C}}$$

[式中、 R^1 は 水素原子、アルキル基 または アリール基を示し、 R^2 、 R^3 、 R^4 および R^5 は、それぞれ独立に 水素原子、アルキル基、アルコキシ基、アリール 基 または アミノ基を示す。 X^1 は

Q H Q H Q 基、-C-N-で表される基または -C-N-C-で表される基を示す。また、繰り返し数mは0または1であり、繰り返し数 n は0または1である。〕

【化4】

[0007]

般式(2)

$$\begin{array}{c|c}
H & R^6 \\
-C & C \\
H & R^7
\end{array}$$

[式中 R^6 、 R^7 および R^8 は、それぞれ独立に 水素原子、アルキル基 またはアリール基を示す。X²は フェニレン基またはメチレンフ エニレン基を示す。また、繰り返し数pは0または1である。]

【0008】本発明の正孔輸送材料は、構造単位(A) と、構造単位(B)との割合が、モル比で20:80~ 80:20である共重合体を含有してなることが好まし 41

[0009]

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態につい て詳細に説明する。本発明の正孔輸送材料は、上記一般 式(1)で表される構造単位(A)と、上記一般式 (2) で表される構造単位(B) とよりなる共重合体 (以下、「特定の共重合体」という。) を含有してなる ものである。

【0010】(構造単位(A))構造単位(A)は、一 般式(1)で表されるものである。一般式(1)におい て、R'は水素原子、アルキル基、アリール基を示す。 ここで、アルキル基としては、メチル基、エチル基など の炭素数1~2のアルキル基が挙げられる。アリール基 としては、フェニル基が挙げられる。そして、一般式 (1) においてR'を示すものとしては、高い重合反応 40 性が得られる点で水素原子、メチル基が好ましい。

【0011】また、一般式(1)におけるR'、R'、 R'およびR'は、水素原子、アルキル基、アリール 基、アルコキシ基、アミノ基を示し、全部が同一のもの であっても、その一部または全部が異なったものであっ てもよい。

【0012】ここで、アルキル基としては、特に限定さ れるものではないが、メチル基、エチル基、プロピル 基、プチル基、ヘキシル基、オクチル基などの炭素数が $1 \sim 8$ のアルキル基が好ましい。特に、一層高い正孔輸 50 い。また、繰り返し数mは、0 または1 である。

送性能が得られる点では、メチル基が好ましく、有機溶 剤に対して高い溶解性が得られる点では、炭素数が大き い(例えば炭素数が8)アルキル基が好ましい。アルコ キシ基としては、特に限定されるものではないが、メト キシ基、エトキシ基、プロボキシ基、ブトキシ基などの 炭素数が1~8のアルコキシ基が好ましく、特に、一層 高い正孔輸送性能が得られる点では、メトキシ基が好ま 30 しい。アリール基としては、フェニル基、トリル基など が挙げられる。アミノ基としては、特に限定されるもの ではないが、ジフェニルアミノ基、ジトリルアミノ基な どのジアリールアミノ基、およびジメチルアミノ基、ジ エチルアミノ基、ジプロピルアミノ基などの炭素数が1 ~8のアルキル基を有するジアルキルアミノ基が好まし く、特に、一層高い正孔輸送性能が得られる点では、ジ - n - プロピルアミノ基、ジ- i - プロピルアミノ基が 好ましい。

【0013】そして、一般式(1)においては、R'が 水素原子であって、R¹ がアルキル基であるもの、R¹ およびR'が水素原子であるもの、また、R'およびR *の組み合わせとしては、両者のいずれか一方が水素原 子であって、他方がアルキル基であるもの、R' および R¹ がアルキル基であるものが好ましい。また、R¹ ~ R¹ の各々が、水素原子以外のものである場合には、そ の位置はメタ位またはパラ位であることが好ましい。

【0014】一般式(1)において、X'は、下記式 (イ) で表される基または下記式(ロ)で表される基を 示し、これらの中では、式(イ)で表される基が好まし

[0015] (化5) 式(イ) 式(口) CH2-O-CH2-

 $[0\ 0\ 1\ 6]$ また、一般式 (1) において、Zは、オキシカルボニル基 (-COO-)、-CONH-で表される基または-CONHCO-で表される基を示し、これ

10

らの中では、オキシカルボニル基、-CONH-で表される基が好ましい。また、繰り返し数nは0または1である。また、-CH, -CR'-(X')。-(Z)。-で表される基は、メタ位あるいはパラ位に位置することが好ましく、特にパラ位に位置することが好ましい。 [0017] 一般式(1)で表される構造単位(A)の好ましい具体例としては、下記式(a)で表される構造単位、下記式(c)で表される構造単位などが挙げられ、特に式(b)で表される構造単位および式(c)で表される構造単位が好ましい。

[0018]

【化6】

式(b)

[0019]

【0020】 〈構造単位(B)〉 構造単位(B) は、一般式(2)で表されるものである。一般式(2)において、 R^{4} 、 R^{7} および R^{8} は、水素原子、アルキル基、アリール基を示し、全部が同一のものであっても、その一部または全部が異なったものであってもよい。

【0021】アルキル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ヘキシル基、2-エチルヘキシル基、オクチル基などの炭素数1~8のアルキル基が挙げられる。アリール基としては、フェニル基、トリル基、ピニルフェニル基などが挙げられる。

【0022】そして、一般式(2)においては、R'がメチル基、フェニル基であることが好ましい。また、一般式(2)においては、R'およびR'がそれぞれメチ 30ル基、プチル基、2-エチルヘキシル基であることが好ましく、R'およびR'の組み合わせとしては、いずれか一方がアルキル基であり、他方がフェニル基であることが好ましい。

【0023】一般式(2)において、 X^{i} は、フェニレン基またはメチレンフェニレン基を示し、このフェニレン基およびメチレンフェニレン基は、o-体、m-体、p-体のいずれであってもよいが、p-体、m-体であることが好ましい。また、繰り返し数pは0または1である。

【0024】一般式(2)で表される構造単位(B)の 具体例としては、下記式(d)で表される構造単位(N ーピニルカルパゾールに由来する構造単位)、下記式 (e)で表される構造単位(N-(4-ピニルフェニ ル)カルパゾールに由来する構造単位)、下記式(f) で表される構造単位(N-(p-ピニルベンジル)カル パゾールに由来する構造単位)、下記式(g)で表され る構造単位(N-ピニル-3、6ジフェニルカルバゾー ルに由来する構造単位)、下記式(h)で表される構造 単位(N-(4-ピニルフェニル)-3、6ジフェニル50

カルバゾールに由来する構造単位)および下記式(i)で表される構造単位(N-(p-ビニルベンジル)-20 3、6ジフェニルカルバゾールに由来する構造単位)などが挙げられ、これらの中では、式(d)で表される構造単位および式(e)で表される構造単位が好ましい。

[0025]

(化8) 式(d)

式(e)

式(f)

40

[0026] [化9]

式(g)

H H -¢--k--N

15

式(h)

式(i)

【0027】本発明の正孔輸送材料に用いられる特定の

共重合体において、構造単位(A)と、構造単位(B)との割合は、モル比で5:95~95:5であり、好ましくは20:80~80:20、さらに好ましくは30:70~80:20である。構造単位(B)の割合が過小である場合には、特定の共重合体の耐熱性が不十分なものとなり、また、得られる正孔輸送材料は、正孔輸送性能が低いものとなる。一方、構造単位(A)の割合が過小である場合には、得られる正孔輸送材料の正孔輸送性能が低いものとなる。

10 【0028】特定の共重合体の重量平均分子量は、例えばゲルパーミエーションクロマトグラフ法によるポリスチレン換算で3000~100000、特に5000~30000であることが好ましい。この重量平均分子量が3000未満である場合には、得られる正孔輸送材料が、耐熱性、薄膜状態における安定性および機械的強度が不十分なものとなることがある。一方、この重量平均分子量が100000を超える場合には、得られる正孔輸送材料が、その溶液粘度が著しく高いものとなりやすく、有機EL素子の製造において、ハンドリング20 性が低下し、また、溶液の糸引き性が生じるため、好ましくない。また、重量平均分子量と数平均分子量との比Mw/Mnは、特に限定されるものではないが、通常1~8であり、より1に近い値であることが好ましい。

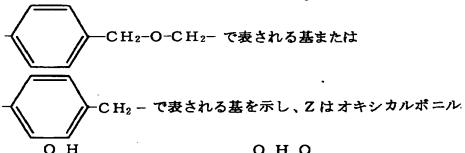
【0029】このような特定の共重合体は、下記一般式 (3)で表されるアリールアミン系化合物(以下、「特定のアリールアミン系化合物」という。)と、下記一般式 (4)で表されるカルバゾール誘導体(以下、「特定のカルバゾール誘導体」という。)とを、適宜の重合法、例えばラジカル重合法、アニオン重合法またはカチ オン重合法、好ましくはそれらの対応するリビングラジカル重合法、リビングアニオン重合法またはリビングカチオン重合法によって共重合することにより得られる。 【0030】

【化10】

١.

一般式(3)

[式中、 R^1 は 水素原子、アルキル基 または アリール基を示し、 R^2 、 R^3 、 R^4 および R^5 は、それぞれ独立に 水素原子、アルキル基、アルコキシ基、アリール 基 または アミノ基 を示す。 X^1 は



□ H ○ H ○ B、 - C-N-で表される基または - C-N-で表される基を示す。また、繰り返し数mは0または1であり、繰り返し数 n は 0 または1である。〕

[0031]

【化11】

般式(4)

$$\begin{array}{c}
H & R^6 \\
C = C & (X^2)_p & N \\
H
\end{array}$$

[式中、R⁶、R⁷およびR⁸は、それぞれ独立に水素原子、アルキル基 または アリール基を示す。X²は フェニレン基またはメチレンフ エニレン基を示す。また、繰り返し数pは0または1である。]

【0032】通常のラジカル重合法によって特定の共重 合体を得る場合には、アゾピスイソブチロニトリル (A IBN)などのアゾ化合物、過酸化ベンゾイル(BP O) などの過酸化物、テトラエチルチウラムジスルフィ ドなどのジチオカルパメート誘導体などの公知のラジカ ル開始剤を重合触媒として用いたラジカル重合法を利用 することができる。また、リビングラジカル重合法によ って特定の共重合体を得る場合には、2,2,6,6-テトラメチル-1-ピペリジン-N-オキサイド (TE 30 MPO) などのN-オキシラジカルと、上記のラジカル 重合開始剤とを組み合わせた触媒系によるリビングラジ カル重合法、アトムトランスファー重合などによるリビ ングラジカル重合法を利用することができる。このよう なラジカル重合触媒の使用割合は、単量体1モルに対し て1~0.0001モルである。このようなラジカル 重合法において、重合溶媒としては、ジメチルホルムア ミド、ジメチルアセトアミド、N-メチルピロリドンな どのアミド系溶媒、ペンゼン、トルエン、キシレン、ヘ キサン、シクロヘキサンなどの炭化水素系溶媒、アープ 40 チロラクトン、乳酸エチルなどのエステル系溶媒、シク ロヘキシルベンゾフェノン、シクロヘキサノン、2-エ チルペンタノン、エチルイソアミルケトンなどのケトン 系溶媒、テトラヒドロフランなどの環状エーテルやジエ チレングリコールジメチルエーテルなどの脂肪族エーテ ル類などのエーテル系溶媒を用いることができる。ま た、反応温度は、例えば0~200℃であり、その反応 時間は、例えば0.5~72時間である。

【0033】通常のアニオン重合法によって特定の共重

のアルフィン触媒、メチルリチウム、エチルリチウム、 ブチルリチウムなどのアルキルリチウム、フェニルリチ ウムなどのアリールリチウム、ジエチル亜鉛などのアル キル亜鉛、リチウムアルキルマグネシウム、リチウムア ルキルバリウムなどのアート錯体などのアルカリ金属、 アルカリ土類金属などの金属による有機金属化合物をア ニオン重合触媒として用いたアニオン重合法を利用する ことができる。特に、アニオン重合触媒としては、n-プチルリチウム、sec-ブチルリチウム、フェニルリ チウムなどの有機リチウム化合物を用いることが好まし い。また、リピングアニオン重合法によって特定の共重 合体を得る場合には、プチルリチウムなどの触媒による リビングアニオン重合法を利用することができる。この ようなアニオン重合触媒の使用割合は、単量体1モルに 対して0.1~0.0001モルである。このような アニオン重合法において、重合溶媒としては、ベンゼ ン、トルエン、ヘキサン、ヘプタン、シクロヘキサンな どの炭化水素、テトラヒドロフラン、ジオキサンなどの エーテル化合物などを用いることができる。また、反応 温度は、例えば-50~100℃であり、その反応時間 は、例えば5分~24時間である。

【0034】通常のカチオン重合法によって特定の共重 合体を得る場合においては、トリフルオロボレート、四 塩化錫などのルイス酸、硫酸、塩酸などの無機酸、カチ オン交換樹脂などの公知のカチオン重合触媒を用いたカ チオン重合法を利用することができる。また、リビング カチオン重合法によって特定の共重合体を得る場合に は、HI、HI-ZnI'などの触媒によるリピングカ 合体を得る場合には、例えば、ナフチルナトリウムなど 50 チオン重合法を利用することができる。このようなカチ

オン重合触媒の使用割合は、単量体1モルに対して0.01~0.0001モルである。このようなカチオン 重合法において、重合溶媒としては、メチレンクロライド、クロロベンゼンなどに代表されるハロゲン化炭化水 素類、ジブチルエーテル、ジフェニルエーテル、ジオキサン、テトラヒドロフランなどの環状エーテル類、アセトニトリル、ニトロベンゼンなどの髙極性溶媒などを用いることができる。また、反応温度は、例えば0.01~12時間である。

【0035】また、本発明の正孔輸送材料には、種々の染料、レーザー色素などが添加されていてもよい。そして、その添加量は、正孔輸送材料の全質量における0.1~10質量%となる割合とされる。正孔輸送材料に、染料、レーザー色素などが添加された場合には、当該正孔輸送材料を用いて構成される有機EL素子は、発光が促進されると共に、長い使用寿命を有するものとなる。【0036】

【実施例】以下、本発明の実施例について説明するが、 本発明はこれらに限定されるものではない。なお、以下 20 において、「部」は、「質量部」を意味する。

【0037】 〔共重合体の合成〕

(合成例1) 容積50ミリリットルの耐圧ビンの内部を 窒素ガスで置換した後、この耐圧ビン内に、窒素気流下 で下記式(I) で表される化合物(以下、「化合物

式(I)

(I)」という。) 70ミリモルと、N-ピニルカルバ ゾール30ミリモルと、トルエン50ミリリットルとを 仕込み、化合物(I)と、N-ビニルカルパゾールとを トルエンに溶解させた。この溶液を攪拌しながら、当該 溶液にラジカル重合触媒としてアゾピスイソブチロニト リル10ミリモルを添加し、この系を室温から70℃に 上昇させて反応温度70℃、反応時間20時間の条件で ラジカル重合を行うことにより重合体溶液を得た。得ら れた重合体溶液を、その50倍の量のメタノール中に投 10 入することによって重合体を凝固させることにより、重 合体を回収した。この重合体を常法により再沈精製し、 その後、50℃で1日間減圧乾燥した。以下、得られた 重合体を重合体(1)という。得られた重合体(1)に ついて、赤外線吸収スペクトルのスペクトル解析を行っ たところ、この重合体(1)が、化合物(1)に由来す る構造単位(式(a)で表される構造単位)と、Nービ ニルカルパゾールに由来する構造単位(式(d)で表さ れる構造単位)よりなる共重合体であることが確認され た。図1に赤外線吸収スペクトル図を示す。この重合体 (1) において、検量線を用いて求めた構造単位(A) と構造単位(B)との割合は、モル比で70:30であ った。

[0038] [化12]

【0039】また、重合体(1)の重量平均分子量Mw トラヒドロフラン)によるポリスチレン換算で3000は、ゲルパーミエーションクロマトグラフ法(溶媒: 50 0であり、重量平均分子量と数平均分子量との比Mw/

Mnは2.6であった。

【0040】(合成例2)化合物(I)70ミリモルの 代わりに、下記式(II)で表される化合物(以下、「化 合物(II)」という。) 50ミリモルを用い、また、N - ピニルカルバゾールの使用量を50ミリモルに変更し たこと以外は、合成例1と同様にして重合体を得た。以 下、得られた重合体を重合体(2)という。得られた重 合体(2)について、赤外線吸収スペクトルのスペクト ル解析を行ったところ、この重合体 (2) が、化合物

(II) に由来する構造単位(式(c)で表される構造単 位)と、N-ピニルカルバゾールに由来する構造単位 (式(d)で表される構造単位)とよりなる共重合体で あることが確認された。図2に赤外線吸収スペクトル図 を示す。この重合体(2)において、構造単位(A)と 構造単位(B)との割合は、モル比で50:50であっ た。

[0041] 【化13】

【0042】また、重合体(2)の重量平均分子量Mw 30 は、ゲルパーミエーションクロマトグラフ法(溶媒:テ トラヒドロフラン)によるポリスチレン換算で3800 0 であり、重量平均分子量と数平均分子量との比Mw/ Mnは1.95であった。

【0043】〈合成例3〉化合物(I)70ミリモルの 代わりに、化合物(II)50ミリモルを用い、またN-ピニルカルパゾール30ミリモルの代わりに、N- (4 - ピニルフェニル) カルパゾール50ミリモルを用いた こと以外は、合成例1と同様にして重合体を得た。以 下、得られた重合体を重合体(3)という。得られた重 40 合体(3)について、赤外線吸収スペクトルのスペクト ル解析を行ったところ、この重合体(3)が、化合物 (II) に由来する構造単位(式(c) で表される構造単 位) と、N-(4-ピニルフェニル) カルバソールに由 来する構造単位(式(e)で表される構造単位)とより なる共重合体であることが確認された。図3に赤外線吸 収スペクトル図を示す。この重合体 (3) において、構

造単位(A)と構造単位(B)との割合は、モル比で5

0:50であった。

は、ゲルパーミエーションクロマトグラフ法(溶媒:テ トラヒドロフラン)によるポリスチレン換算で3300 0であり、重量平均分子量と数平均分子量との比Mw/ Mnは2.55であった。

【0045】 (実施例1) 正孔輸送材料として、重合体 (1) を用い、これを有機溶剤であるm-キシレンに溶 解させることにより、正孔輸送層形成用塗布液を調製し た。この正孔輸送層形成用塗布液を、スピンコーターに よって、表面にITO膜よりなるアノードが形成された 5 c m角のガラス基板よりなる透明基板上に塗布した 後、有機溶剤の除去処理を行うことにより、本発明の正 孔輸送材料よりなる厚みが25 nmの正孔輸送層を形成 した。次いで、この正孔輸送層上に、蒸着法によって厚 みが50 nmのトリスキノリノラートアルミナムよりな る発光層を形成し、さらにその上に200nmで5mm 角のアルミニウム膜よりなるカソードを形成することに より、試験用素子を2個作製した。以下、作製された試 験用素子を試験用素子(1)という。

【0046】 (実施例2) 正孔輸送材料として、合成例 2で得られた重合体(2)を用いたこと以外は、実施例 【0044】また、重合体(3)の重量平均分子量Mw 50 1と同様にして試験用素子を2個作製した。以下、作製 された試験用素子を試験用素子(2)という。

【0047】 (実施例3) 正孔輸送材料として、合成例3で得られた重合体(3)を用いたこと以外は、実施例1と同様にして試験用素子を2個作製した。以下、作製された試験用素子を試験用素子(3)という。

【0048】 〈比較例1〉正孔輸送材料として、m-TPDの重合体(以下、「ポリTPD」という。)を用いたこと以外は、実施例1と同様にして試験用素子を2個作製した。以下、作製された試験用素子を比較試験用素子(1)という。

【0049】 (比較例2) 正孔輸送材料として、ポリビニルカルバゾール(以下、「ポリNVK」という。)を用いたこと以外は、実施例1と同様にして試験用素子を2個作製した。以下、作製された試験用素子を比較試験

用素子(2)という。

【0050】 〔試験用素子の評価法〕

発光開始電圧および最高発光輝度:実施例1~実施例3 および比較例1~比較例2に係る試験用素子(1)~

(3) および比較試験用素子(1)~(2) の各々に対し、ITO膜をアノードとし、マグネシウムと銀(MgAg) の合金膜をカソードとして直流電圧を印加することにより、発光層を発光させ、その最高発光輝度を輝度計「LS-100」(ミノルタ社製)により測定した。また、そのときの発光期が毎匹も毎匹制「RS2400」

10 また、そのときの発光開始電圧を電圧計「R8240」 (ADVANTEST社製)により測定した。以上、結果を下記表1に示す。

[0051]

【表1】

| | 実施例 1 | 実施例 2 | 実施例 3 | 比較例 1 | 比較例 |
|-------------------|----------|----------|----------|----------|------|
| 発光開始電圧 (V) | 6. 5 | 6. 2 | 6. 5 | 6. 3 | 14 |
| 最高発光輝度 (cd/m²) | 17000 | 15000 | 18000 | 13000 | 4000 |

【0052】表1から明らかなように、実施例1~3に係る試験用素子(1)~(3)は、比較例1に係る比較試験用素子(1)に比べ、高い最高発光輝度が得られることが確認され、一方、比較例2に係る比較試験用素子(2)に比べ、発光開始電圧が低くなっていることが確認された。以上の結果から、実施例1~3に係る試験用素子(1)~(3)は、優れた正孔輸送性能を有するものであることが確認できる。

[0053]

【発明の効果】本発明の正孔輸送材料は、特定の共重合

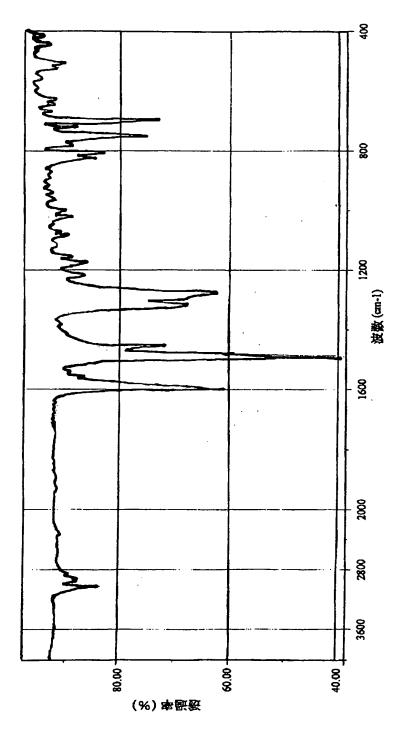
体を含有してなるため、優れた正孔輸送性能および耐久 性を有するものである。

【図面の簡単な説明】

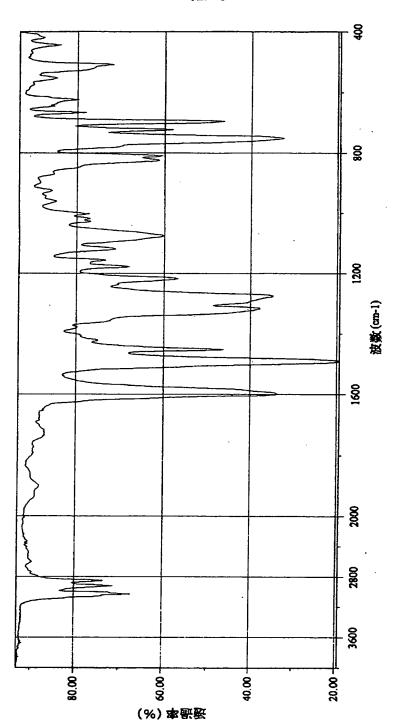
【図1】実施例における合成例1に係る共重合体の赤外 線吸収スペクトル図である。

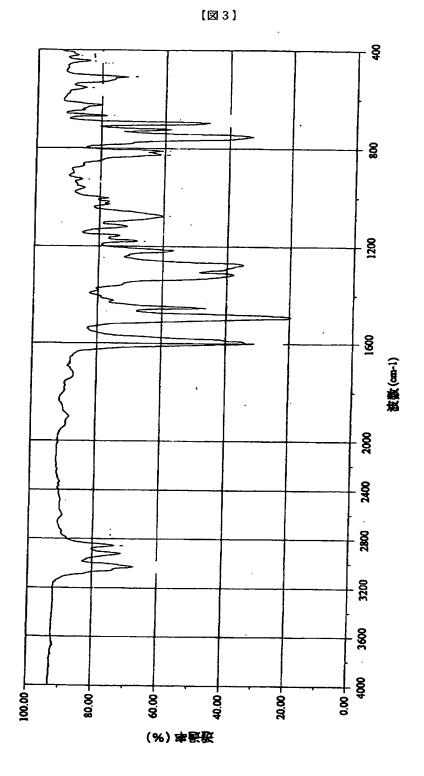
【図2】実施例における合成例2に係る共重合体の赤外 線吸収スペクトル図である。

30 【図3】実施例における合成例3に係る共重合体の赤外 線吸収スペクトル図である。 [図1]









フロントページの続き

(51) Int. C1. ¹ H 0 5 B 33/22

識別記号

F I H O 5 B 33/22

D

テーマコード(参考)

F ターム(参考) 3K007 AB03 CA01 CB01 CB03 DB03 EB05 FA01 4J100 AB07P AB07Q AG08P AM21P AQ26Q BA02P BA10P BA28P BA31P BA35P BC43P BC43Q BC44P BC65Q CA04 DA61 JA32

÷